

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP2004/000087

08.1.2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年 1月10日

出願番号  
Application Number: 特願2003-004126  
[ST. 10/C]: [JP2003-004126]

REC'D 27 FEB 2004

WIPO

PCT

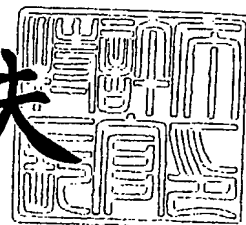
出願人  
Applicant(s): 日本板硝子株式会社

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 2月13日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2004-3008916

【書類名】 特許願

【整理番号】 02P496

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C30B 29/02  
C01B 31/02

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府中央区北浜四丁目7番28号 日本板硝子株式会社  
社内

【氏名】 吉井 哲朗

【特許出願人】

【識別番号】 000004008

【氏名又は名称】 日本板硝子株式会社

【代表者】 出原 洋三

【代理人】

【識別番号】 100069084

【弁理士】

【氏名又は名称】 大野 精市

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012298

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9706787

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 炭素結晶の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ジアルキルベンゼン、ジハロンゲン化ベンゼン、ハロゲン化ベンゼン、トリアルキルベンゼンおよびトリハロンゲン化ベンゼンよりなる群から選ばれる少なくとも 1 種のベンゼン化合物を含有する第 1 の溶媒にフラーレンを溶解してなる溶液およびフラーレンに対して貧溶媒である第 2 の溶媒を、液-液界面を形成するように接触させ、ついで前記溶液および前記第 2 溶媒をその状態で所定時間維持することにより前記溶液中にフラーレンを析出させる炭素結晶の製造方法。

【請求項 2】 前記第 1 溶媒が前記ベンゼン化合物を少なくとも 50 質量%含有する請求項 1 記載の炭素結晶の製造方法。

【請求項 3】 前記第 2 溶媒が n-プロピルアルコール、i-プロピルアルコール、n-ブチルアルコール、i-ブチルアルコール、2-ブチルアルコール、n-ペンチルアルコールおよび i-ペンチルアルコールの中から選ばれた少なくとも 1 種を 50 質量%以上含有する請求項 1 または 2 記載の炭素結晶の製造方法。

【請求項 4】 前記溶液はフラーレンを 0.5 mg/ml 以上でかつ第 1 溶媒に対する溶解度の 15%以上の濃度で含有する請求項 1～3 のいずれか 1 項記載の炭素結晶の製造方法。

【請求項 5】 前記ベンゼン化合物が m-キシレン、1, 3, 5-トリメチルベンゼン、クロロベンゼンおよび m-ジクロロベンゼンよりなる群から選ばれた少なくとも 1 種でありフラーレンが繊維状に析出する請求項 1～4 のいずれか 1 項記載の炭素結晶の製造方法。

【請求項 6】 前記ベンゼン化合物が 1, 3, 5-トリメチルベンゼンであり、そして前記第 2 溶媒が n-プロピルアルコール、i-プロピルアルコール、n-ブチルアルコール、i-ブチルアルコール、2-ブチルアルコール、n-ペンチルアルコールまたは i-ペンチルアルコールであり、フラーレンが 50～200 nm の平均直径、0.10～2.0 mm の平均長さを有する繊維状に析出する

請求項 5 記載の炭素結晶の製造方法。

【請求項 7】 前記ベンゼン化合物が *m*-キシレンであり、そして前記第 2 溶媒が *n*-プロピルアルコールまたは *i*-プロピルアルコールであり、フラーレンが 50～2000 nm の平均直径、0.10～20 mm の平均長さを有する繊維状に析出する請求項 5 記載の炭素結晶の製造方法。

【請求項 8】 前記ベンゼン化合物が *m*-キシレンであり、そして前記第 2 溶媒が *n*-ブチルアルコール、*i*-ブチルアルコール、2-ブチルアルコール、*n*-ペンチルアルコールまたは *i*-ペンチルアルコールであり、フラーレンが 2～1000  $\mu$ m の平均直径、0.2～20 mm の平均長さおよび 100 以上のアスペクト比を有する繊維状に析出する請求項 5 記載の炭素結晶の製造方法。

【請求項 9】 請求項 1～8 のいずれか 1 項記載の製造方法で得られた炭素結晶を加圧、加熱またはレーザー照射する炭素結晶の製造方法。

【請求項 10】 前記溶液に溶解するフラーレンはフラーレン分子、フラーレン分子の内部に異元素を内包したもの、またはフラーレン分子の間に異元素を配置したものである請求項 1～9 のいずれか 1 項記載の炭素結晶の製造方法。

【請求項 11】 前記フラーレン分子は C<sub>60</sub> または C<sub>70</sub> である請求項 10 記載の炭素結晶の製造方法。

【請求項 12】 請求項 1～11 のいずれか 1 項記載の製造方法で得られた炭素結晶。

【請求項 13】 請求項 6 または 7 記載の製造方法で得られた繊維状の炭素結晶を積み重ねてなる不織布状の炭素結晶。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】

本発明は炭素結晶の製造方法、特に炭素の同素体分子フラーレンの結晶の製造法に関する。

【0002】

【従来の技術】

炭素元素のみから合成される物質として、ダイヤモンドやグラファイトが知ら

れているが、最近、新しく 60 個の炭素原子からなる球状クラスター分子が見いだされ、その物性および応用について研究がなされている。例えば非特許文献 1 によれば、この分子はフラーレンと呼ばれるもので、サッカーボール状の形状を有している。またフラーレン分子の集合体は面心立方格子であり、各種元素をドーピングすることにより超伝導特性を有する物質が得られることが非特許文献 2 に報告されている。

#### 【0003】

フラーレンの結晶を得る方法として、非特許文献 3 には、フラーレンを溶解したトルエン溶液にイソプロピルアルコールを添加して直径が 200 nm ~ 2  $\mu$ m で長さが 0.15 mm ~ 5 mm のフラーレンの針状単結晶が得られると記載されている。

#### 【0004】

##### 【非特許文献 1】

H. W. Kroto 等、Nature 318 (1985) 162.

##### 【非特許文献 2】

A. F. Hebard 等、Nature 350 (1991) 600

##### 【非特許文献 3】

K. Miyazawa 等、J. Mater. Res., Vol. 17, No. 1, 83 (2002)

#### 【0005】

##### 【発明が解決しようとする課題】

しかし、上記非特許文献 3 による単結晶の製造方法では、フラーレン結晶の析出量が少なく、フラーレン結晶の製造歩留まりが低いという問題があった。

本発明の目的は、フラーレンの優れた物性を保持しつつ、各種分野への応用展開が可能なフラーレン結晶を歩留まり良く製造する製造法を提供することにある。

#### 【0006】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明は、ジアルキルベンゼン、ジハロゲン化ベンゼン、ハロゲン化ベンゼ

ン、トリアルキルベンゼンおよびトリハロゲン化ベンゼンよりなる群から選ばれる少なくとも1種のベンゼン化合物を含有する第1の溶媒にフラーレンを溶解してなる溶液およびフラーレンに対して貧溶媒である第2の溶媒を、液-液界面を形成するように接触させ、ついで前記溶液および前記第2溶媒をその状態で所定時間維持することにより前記溶液中にフラーレンを析出させる炭素結晶の製造方法である。

#### 【0007】

本発明において、ジアルキルベンゼン、ジハロゲン化ベンゼン、ハロゲン化ベンゼン、トリアルキルベンゼンおよびトリハロゲン化ベンゼンよりなる群から選ばれる少なくとも1種のベンゼン化合物を含有する第1の溶媒にフラーレンを溶解してなる溶液を準備する。前記ベンゼン化合物としては、例えばm-キシレン、m-ジクロロベンゼン、m-ジエチルベンゼン、m-ジブromoベンゼン、m-ジフルオロベンゼン、クロロベンゼン、1, 3, 5-トリメチルベンゼンおよび1, 3, 5-トリエチルベンゼン等を挙げることができる。これらの中でm-キシレン、m-ジクロロベンゼンおよび1, 3, 5-トリメチルベンゼンが特に好ましく用いられる。

#### 【0008】

本発明における第1の溶媒は前記ベンゼン化合物のいずれか一種であることが最も好ましいが、前記ベンゼン化合物の二種またはそれ以上の混合物であってもよく、また上記一種または二種以上の前記ベンゼン化合物を少なくとも50質量%含有するものであってもよく、フラーレンの溶解度が1.0 mg/ml以上である溶媒が好ましい。第1の溶媒に50質量%未満含有させてもよい溶媒としては、例えばベンゼン、トルエン、エチルベンゼン、プロピルベンゼン、ブチルベンゼン、二硫化炭素、1, 1, 2, 2-テトラクロロエタン、1-メチルナフタレン、ジメチルナフタレン、2-メチルチオフェン等を挙げることができる。

#### 【0009】

上記第1の溶媒に溶解させるフラーレンとしては、C<sub>60</sub>、C<sub>70</sub>、C<sub>76</sub>、C<sub>78</sub>、C<sub>82</sub>、C<sub>84</sub>、C<sub>240</sub>、C<sub>540</sub>およびC<sub>720</sub>等を使用することができるが、それらの中でC<sub>60</sub>、C<sub>70</sub>、C<sub>76</sub>、C<sub>78</sub>、C<sub>82</sub>およびC<sub>8</sub>

4を好ましく用いることができ、C60およびC70が最も好ましく用いられる。またフラーレン分子の内部に異元素（例えば典型元素金属または遷移金属）を内包したもの、またはフラーレン分子の間に異元素を配置したものも用いることができる。

#### 【0010】

本発明において、上記第1の溶媒にフラーレンを溶解させて溶液とするが、フラーレンの濃度があまり低すぎるとフラーレン単結晶の析出速度が小さくなったり、析出量が少量になる。従って前記溶液中のフラーレンの濃度は0.3mg/ml以上でかつ第1溶媒に対する溶解度の15%以上の濃度で含有させることが好ましく、0.5mg/ml以上でかつ第1溶媒に対する溶解度の30%以上の濃度で含有させることがさらに好ましい。例えばm-キシレンのC60の溶解度（飽和濃度）は約1.4mg/mlであるので、フラーレンの濃度は0.3mg/ml以上にすることが好ましく、0.5mg/ml以上にすることがさらに好ましい。

#### 【0011】

前記溶液に接触させる第2の溶媒としてフラーレンに対して貧溶媒であるものが用いられる。フラーレンに対する貧溶媒とはフラーレンの溶解度（飽和濃度）が0.01mg/ml以下の溶媒を指す。また第2の溶媒は前記溶液の第1溶媒と相互に溶解することができるものが用いられる。第2溶媒としてn-プロピルアルコール、i-プロピルアルコール、n-ブチルアルコール、i-ブチルアルコール、2-ブチルアルコール、n-ペンチルアルコールおよびi-ペンチルアルコールのようなアルコールが好ましく用いられる。メチルアルコール、エチルアルコールは拡散速度が大き過ぎて粒子状の結晶が成長し難く、沈殿が生じやすいので主成分として使用することは好ましくない。

#### 【0012】

本発明における第2の溶媒は前記アルコールのいずれか一種であることが最も好ましいが、前記アルコールの二種またはそれ以上の混合物であってもよく、また上記一種または二種以上の前記アルコールを少なくとも50質量%含有するのであってもよい。第2溶媒に50質量%未満含有させてもよい溶媒としては、

例えばメチルアルコールおよびエチルアルコール等を挙げることができる。

#### 【0013】

本発明において、前記溶液および前記第2溶媒を、前記溶液と前記第2溶媒とが液-液界面を形成するように接触させる。例えば容器に前記溶液を入れ、ついで前記第2溶媒を静かに注いで容器内で前記溶液と前記第2溶媒とが2層に分離してその2層の境界に液-液界面を形成させる。

#### 【0014】

互いに接触させる前記溶液および前記第2溶媒のいずれか一方があまりに多量であったり少量であると、フラーレンの析出が効率的に行われないので、前記溶液および前記第2溶媒の合計体積Vに対して前記溶液が好ましくは80体積%以下、より好ましくは10～50体積%になるように使用される。

#### 【0015】

この状態の前記溶液および前記第2溶媒を所定時間維持する。好ましくは20℃以下、より好ましくは10℃以下、ただし前記溶液および前記第2溶媒の凝固点のうち高い方の温度より高い温度で静置することが、均一な大きさの結晶を析出させる上で好ましい。この維持時間が経過するにつれて、液-液界面の両側の前記溶液と前記第2溶媒とが徐々に相互に拡散する。フラーレンは液-液界面を中心として析出しそして成長して、前記溶液および前記第2溶媒の相互拡散が終わる10～100時間経過した後はフラーレン結晶が得られる。図1および図2は比較的直径が小さい繊維状のフラーレン単結晶を示す電界放射型走査電子顕微鏡(FE-SEM)写真であり、図1は拡大率1,000倍の写真であり、図2は拡大率50,000倍の写真である(いずれも写真の大きさ90mm×118mm)。図3は比較的直径が大きい針繊維状フラーレン単結晶の光学顕微鏡写真である(拡大率50倍、写真の大きさ90mm×118mm)。図1および図2には直径が60nm～1000nm(1μm)で長さが100μm以上の繊維状フラーレン単結晶が、図3には直径が約25μmで長さが約3mmの針状のフラーレン単結晶繊維がそれぞれ示されている。

#### 【0016】

もし、上述の前記溶液および前記第2溶媒の接触の際に液-液界面が形成され



ずに前記溶液と前記第 2 溶媒が急激に混合されたり、前記静置がされずに前記溶液と前記第 2 溶媒の相互拡散が急激に生じた場合には、前記溶液中でフラーレンが急速に析出するため、沈殿のみが生成される。

#### 【0017】

また第 1 の溶媒として用いる上記ベンゼン化合物の代わりに、トルエンを使用した場合にはフラーレン結晶の析出量が少なく、原料としてフラーレン量に対して製造されるフラーレン結晶の量が少なく歩留まりは約 30% 程度である。それに対して本発明では原料としてフラーレン量に対して製造されるフラーレン結晶の量が多く歩留まりは例えば約 70% 以上に達する。

#### 【0018】

本発明により得られるフラーレン結晶の形状は使用する第 1 溶媒および第 2 溶媒の種類、第 1 溶媒に溶解するフラーレンの濃度、析出温度等によって異なる。例えば第 1 溶媒のベンゼン化合物として m-キシレン、1, 3, 5-トリメチルベンゼン、クロロベンゼンおよび m-ジクロロベンゼンよりなる群から選ばれた少なくとも 1 種が用いられる場合には、フラーレン結晶の形状は主として繊維形状となる。この繊維形状は 50 nm ~ 1000  $\mu$ m の平均直径、0.10 ~ 20 mm の平均長さおよび 100 以上のアスペクト比を有する。

#### 【0019】

第 1 溶媒のベンゼン化合物として 1, 3, 5-トリメチルベンゼンが用いられ、かつ前記第 2 溶媒として n-プロピルアルコール、i-プロピルアルコール、n-ブチルアルコール、i-ブチルアルコール、2-ブチルアルコール、n-ペンチルアルコールまたは i-ペンチルアルコールが用いられる場合には、フラーレン結晶が 50 ~ 2000 nm の平均直径、0.10 ~ 20 mm の平均長さを有する繊維状に析出する。このフラーレン結晶は肉眼で見ると綿状に形成されることが多い。この綿状のフラーレン結晶を例えば穴あきシートの上で抄造するなどにより積み重ねて不織布状のフラーレン結晶が得られる。

#### 【0020】

また、前記ベンゼン化合物として m-キシレンが用いられ、かつ前記第 2 溶媒として n-プロピルアルコールまたは i-プロピルアルコールが用いられる場合

には、フラーレンが500~2000 nmの平均直径、0.10~20 mmの平均長さを有する繊維状に析出する。このフラーレン結晶は肉眼で見ると綿状に形成されることが多い。この綿状のフラーレン結晶は上記と同様に積み重ねて不織布状のフラーレン結晶が得られる。

#### 【0021】

さらに、前記ベンゼン化合物としてm-キシレンが用いられ、かつ前記第2溶媒としてn-ブチルアルコール、i-ブチルアルコール、2-ブチルアルコール、n-ペンチルアルコールまたはi-ペンチルアルコールが用いられる場合には、フラーレンが2~1000  $\mu$ mの平均直径、0.2~20 mmの平均長さおよび100以上のアスペクト比を有する繊維状に析出する。このフラーレン結晶は肉眼で見ると針状に形成されることが多い。

#### 【0022】

このフラーレン単結晶を加圧、例えば3~9 Paでのプレス、加熱、例えば250~400℃保持またはレーザ照射、例えば波長300 nm以下のレーザ光照射の操作により単結晶を構成するフラーレン分子同士の間には存在する前記第1溶媒などを除去して緻密化して機械的強度を高めることができる。空气中で加熱する場合は、450℃以上では分解が起こってしまうので、450℃以下での加熱が望ましい。なお、真空中や窒素雰囲気など、酸素の存在しない環境では昇華が始まる600℃より低い温度での処理が望ましい。

#### 【0023】

本発明により得られる繊維状その他の形状のフラーレン単結晶は $\pi$ 結合を有するため、フラーレン単結晶の表面では新たな反応や物質の合成が期待できる。

#### 【0024】

##### 【発明の実施の形態】

##### 【実施例】

以下に、本発明の実施の形態を示す。

##### 【実施例1】

フラーレンC60（純度99%、サイエンスラボラトリーズ社製） 32 mg  
を1, 2, 3-トリメチルベンゼン（1,2,3-TMB、第1溶媒）20 mlに溶解し

、2 ml を分取した。フラーレンの濃度は 1.6 mg/ml であり、溶解度 (25℃飽和濃度) は約 1.6 mg/ml である。これをガラス製の円筒形容器 (直径 1.9 cm、高さ 3.2 cm) に入れた。この溶液と混合しないようにガラス容器の側面壁に沿ってゆっくりと n-プロピルアルコール (第 2 溶媒) 4.0 ml を加えた。容器の中には約 6 mm の高さの前記溶液の下層と、その溶液の層の上に約 10 mm の高さの第 2 溶媒の上層とに分離しており、前記下層と上層との境界に直径 1.9 cm の円形の液-液界面が形成されていた。その後、容器に蓋をかぶせて、20℃で 48 時間静置した。その結果、溶液内で成長してガラス容器の底面に沈んだ直径 2 ~ 100  $\mu$ m の多数の針状のフラーレンの単結晶繊維 (合計約 2.6 mg) が得られた。原料であるフラーレン重量の約 80% が繊維化されていた。

#### 【0025】

##### [比較例 1]

実施例 1 において使用した 1, 2, 3-トリメチルベンゼン (第 1 溶媒) 2 ml および n-プロピルアルコール (第 2 溶媒) 4.0 ml に代えてトルエン 2 ml および n-プロピルアルコール 4.0 ml およびフラーレン濃度 2.8 mg/ml (飽和濃度約 2.8 mg/ml) を使用した以外は実施例 1 と同様に処理した結果、溶液内で成長してガラス容器の底面に沈んだ直径 2 ~ 100  $\mu$ m の多数の針状のフラーレンの単結晶繊維 (合計約 1.7 mg) が得られた。原料であるフラーレン重量の約 30% が繊維化されていた。残りの約 70% のフラーレンは沈殿物となっていた。

#### 【0026】

##### [実施例 2]

フラーレン C60 (純度 99%、サイエンスラボラトリーズ社製) 24 mg を m-キシレン (第 1 溶媒) 20 ml に溶解し、2 ml を分取した。フラーレンの濃度は 1.2 mg/ml であり、溶解度 (飽和濃度) は約 1.4 mg/ml である。これをガラス製の円筒形容器 (直径 1.9 cm、高さ 3.2 cm) に入れた。この溶液と混合しないようにガラス容器の側面壁に沿ってゆっくりと n-プロピルアルコール (第 2 溶媒) 4.0 ml を加えた。容器の中には約 6 mm の高

さの前記溶液の下層と、その溶液の層の上に約10mmの高さの第2溶媒の上層とに分離しており、前記下層と上層との境界に直径1.9cmの円形の液-液界面が形成されていた。その後、容器に蓋をかぶせて、20℃で48時間静置した。その結果、溶液内で成長してガラス容器の底面に沈んだ直径2~100 $\mu$ mの多数のフラーレンの単結晶繊維（合計約2.0mg）が得られた。原料であるフラーレン重量の約75%が繊維化されていた。

#### 【0027】

##### [実施例3~16]

実施例2において使用したm-キシレン（第1溶媒）2mlおよびn-プロピルアルコール（第2溶媒）4mlに代えて表1に示す物質〔第1溶媒；1,3,5-トリメチルベンゼン（1,3,5-TMB）、1,2,4-トリメチルベンゼン（1,2,4-TMB）、m-ジクロロベンゼン（m-DCB）、o-キシレン、第2溶媒；2-ブチルアルコール（2-BuA）、n-ブチルアルコール（n-BuA）、i-ブチルアルコール（i-BuA）、i-ブチルアルコール（i-BuA）、i-プロピルアルコール（i-PrA）、i-ペンチルアルコール（i-PeA）、n-ペンチルアルコール（n-PeA）、エチルアルコール（EtA）〕を使用した以外は実施例1と同様にして200~500 $\mu$ mの平均粒径の繊維状または粒子状のフラーレンの単結晶が得られた。なお、実施例11においては、第1溶媒としてp-キシレン 80体積%およびo-キシレン 20体積%からなる混合溶媒を、そして第2溶媒としてi-ブチルアルコール80体積%およびエチルアルコール 20体積%からなる混合溶媒をそれぞれ使用した。なお、実施例4その他で得られる綿状のフラーレン結晶を溶液とともに濾紙の上に流し出して乾燥させると不織布状になることが確かめられた。また実施例14でのフラーレン結晶の形状「針状\*」は芯部を中心にして針状の結晶が放射状に伸びていることを示す。

#### 【0028】

##### [実施例17]

実施例2において使用したフラーレンC60およびn-プロピルアルコール（第2溶媒）4mlに代えてフラーレンC70（純度99%、サイエンスラボラトリーズ社製）およびi-ブチルアルコール（i-BuA）を表1に示す通り使用した以

外は実施例 2 と同様に表 1 に示す綿状のフラーレンの単結晶が得られた。

【0029】

【表 1】

第 1 溶媒		フラーレン 濃度/溶解度 (mg/ml / mg/ml)	第 2 溶媒		結晶				
種類	量 (ml)		種類	量 (ml)	形状	平均 直径 ( $\mu$ m)	長さ (mm)	生成量 (mg)	歩留 (%)
実施例									
1	1,3,5-TMB 2.0	1.6/1.6	i-PrA 4.0	針状	2~100	0.5~10	2.6	80	
比較例									
1	トルエン 2.0	2.8/2.8	i-PrA 4.0	針状	2~100	0.5~10	1.7	30	
実施例									
2	m-キシレン 2.0	1.2/1.4	n-PrA 4.0	針状	2~100	0.5~10	2.0	75	
3	1,3,5-TMB 2.0	0.6/1.6	2-BuA 4.0	綿状	0.2	0.5	1.0	83	
4	1,3,5-TMB 2.0	1.5/1.6	n-PrA 4.0	綿状	1	1	2.4	80	
5	m-キシレン 2.0	1.2/1.4	n-BuA 4.0	針状	100	4	1.7	71	
6	m-キシレン 2.0	0.6/1.4	2-BuA 4.0	針状	100	4	0.9	75	
7	1,3,5-TMB 2.0	1.5/1.6	i-BuA 4.0	綿状	1	2	2.4	80	
8	1,3,5-TMB 2.0	1.5/1.6	i-PrA 4.0	綿状	1	2	2.6	87	
9	1,3,5-TMB 2.0	1.2/1.6	n-PeA 4.0	綿状	1	2	1.7	71	
10	1,3,5-TMB 2.0	1.5/1.6	i-PeA 4.0	綿状	1	1	2.3	77	
11	m-DCB 2.0	2.0/2.4	i-BuA 4.0	綿状	0.5	2	3.0	75	
12	m-キシレン 2.0	1.4/1.4	i-BuA 4.0	針状	100	4	2.3	82	
13	1,2,4-TMB 2.0	17.0/17.9	n-BuA 4.0	針状	200	3	28	82	
14	o-キシレン 2.0	5.5/8.7	n-BuA 4.0	針状*	100	4	9.3	85	
15	o-キシレン 2.0	5.5/8.7	n-PrA 4.0	粒子	50	—	7.7	70	
16	m-キシレン 1.6(80%)		i-BuA 3.2(80%)						

o-キシレン	0.4	2.0/2.8	EtA	0.8 綿状	1	1	3.7	71
17 m-キシレン	2.0	4.0/5.2	i-BuA	4.0 綿状	1	2	6.4	80

1,3,5-TMB: 1, 3, 5-トリメチルベンゼン

1,2,4-TMB: 1, 2, 4-トリメチルベンゼン

m-DCB: m-ジクロロベンゼン

i-PrA: i-プロピルアルコール

n-PrA: n-プロピルアルコール

n-BuA: n-ブチルアルコール

2-BuA: 2-ブチルアルコール

i-BuA: i-ブチルアルコール

n-PeA: n-ペンチルアルコール

i-PeA: i-ペンチルアルコール

EtA: エチルアルコール

【0030】

#### 【発明の効果】

本発明によれば、2種類の溶液を拡散混合することにより、フラーレンを構成要素とする繊維状単結晶その他の結晶を高い歩留まりで製造することができる。また、この繊維からシートを得ることができる。さらに繊維状または針状のフラーレン単結晶を用いて、たとえば、マイクロマシンの軸等、微小機械の部材として活用できる。

#### 【図面の簡単な説明】

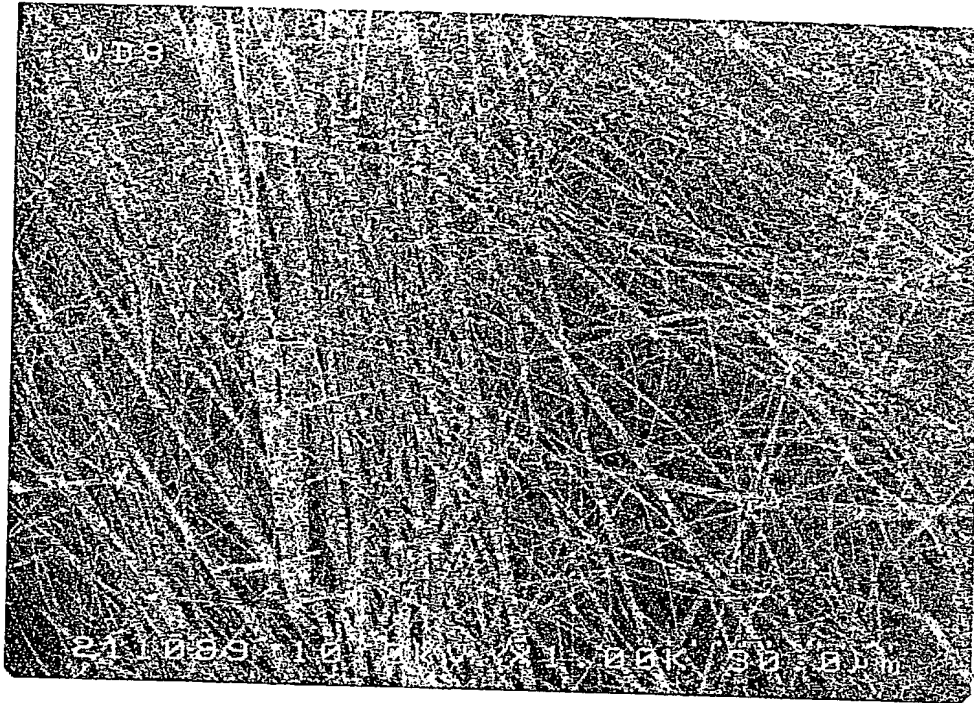
【図1】 本発明で得られる繊維状のフラーレンの結晶の電子顕微鏡写真

【図2】 図1の繊維状のフラーレンの結晶を拡大した電子顕微鏡写真

【図3】 本発明で得られる他の針繊維状のフラーレンの結晶の光学顕微鏡写真

【書類名】 図面

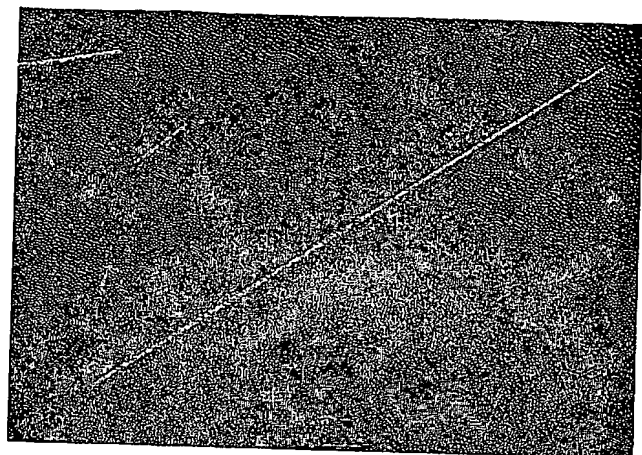
【図1】



【図2】



【図 3】





【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 フラーレン結晶を歩留まり良く製造する製造法を提供する。

【解決手段】 ジアルキルベンゼン、ジハロゲン化ベンゼン、ハロゲン化ベンゼン、トリアルキルベンゼンおよびトリハロゲン化ベンゼンよりなる群から選ばれる少なくとも1種のベンゼン化合物を含有する第1の溶媒にフルーレンを溶解してなる溶液およびフルーレンに対して貧溶媒である第2の溶媒を、液-液界面を形成するように接触させ、ついで前記溶液および前記第2溶媒をその状態で所定時間維持することにより前記溶液中にフルーレンを析出させる炭素結晶の製造方法である。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 0 0 4 1 2 6
受付番号	5 0 3 0 0 0 3 1 1 3 2
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 5 年 1 月 1 4 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成15年 1月10日
-------	-------------

次頁無

特願 2003-004126

ページ: 1/E

出願人履歴情報

識別番号

[000004008]

1. 変更年月日  
[変更理由]  
住所  
氏名

2000年12月14日  
住所変更  
大阪府大阪市中央区北浜四丁目7番28号  
日本板硝子株式会社